

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-085918

(43)Date of publication of application : 06.04.1993

(51)Int.Cl.

A61K 7/06

A61K 7/08

(21)Application number : 04-029987

(71)Applicant : SHISEIDO CO LTD

(22)Date of filing : 21.01.1992

(72)Inventor : NANBA TOMIYUKI
KANBE TETSUYA
FUKUCHI YOSHIHIKO

(30)Priority

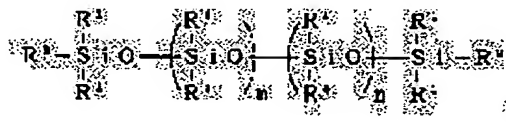
Priority number : 40321006 Priority date : 26.07.1991 Priority country : JP

(54) COMPOSITION FOR HAIR

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a composition for hair capable of providing rich gloss and smoothness to hair, preventing injury of hair such as split hair or cut hair and having effects on making the hair injury quiet by repairing the produced split hair generated.

CONSTITUTION: (A) A silicone of formula I (R¹ is CH₃ or partially phenyl; R₂ and R₃ are CH₃ or OH; R₃ is a substituent group having R₄Z; R' is 3-6C divalent alkylene; Z is NR₅2, N+R₅3A- or formula II to formula IV; R₅ or 1-4C alkyl; R₆ is 1-4C alkyl; A is Cl, Br or I; a is integer of 2-6; m and n are integer and m+n is 3000 to 20000 and n/m is 1/500 to 1/10000) is blended as an essential ingredient and preferably further (B) a compound of formula V (R₇ is 14-22C alkyl, etc.; R₈ to R₁₀ are 1-3C alkyl, etc.; X is halogen, etc.) or (C) anionic amphoteric and/or nonionic surfactant is added in a specific ratio to the composition A to provide the composition for hair useful as rinse agent or shampoo composition and having the above-mentioned effect.



X=

V

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 20.01.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3081049

[Date of registration] 23.06.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-85918

(43)公開日 平成5年(1993)4月6日

(51)Int.Cl.⁵

A 6 1 K 7/08
7/08

識別記号

庁内整理番号

8615-4C
8615-4C

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数8(全14頁)

(21)出願番号 特願平4-29987

(22)出願日 平成4年(1992)1月21日

(31)優先権主張番号 特願平3-210067

(32)優先日 平3(1991)7月26日

(33)優先権主張国 日本(JP)

(71)出願人 000001959

株式会社資生堂
東京都中央区銀座7丁目5番5号

(72)発明者 難波 富幸

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株
式会社資生堂研究所内

(72)発明者 神戸 哲也

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株
式会社資生堂研究所内

(72)発明者 福地 義彦

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株
式会社資生堂研究所内

(74)代理人 弁理士 館野 千恵子

(54)【発明の名称】 毛髪用組成物

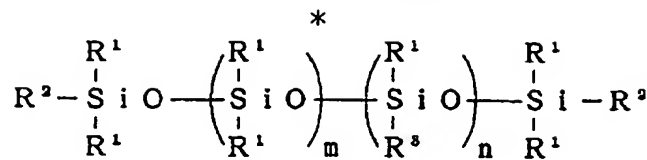
(57)【要約】

【目的】 毛髪に豊かな光沢と滑らかさを与え、かつ枝毛、切れ毛等の毛髪の損傷を防止し、発生した枝毛に対しては、修復をしてめだたなくする毛髪用組成物を提供する。

【構成】 重合度が3,000~20,000のアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコンを配合する。

【特許請求の範囲】

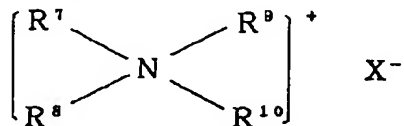
【請求項1】 一般式：



〔式中、 R^1 はメチル基または一部がフェニル基を表し、 R^2 は R^3 と同一またはメチル基または水酸基を表す。 R^3 は式 $R^4 \cdot Z$ (R^4 は3から6の炭素原子を有する2価のアルキレン基を表し、 Z は $-NR^5$ 、 $-N^+R^5$ 、 A^- 、 $-NR^5(CH_2)_a$ 、 NR^5 、 $-NR^5(CH_2)_a$ 、 N^+R^5 、 A^- および $-NR^5(CH_2)_a N(R^6)C=O$ (R^6 は水素または1から4の炭素原子を有するアルキル基を表し、 R^5 は1から4の炭素原子を有するアルキル基を表し、 A はCl、BrまたはIを表し、 a は2から6の整数である。)からなる群から選ばれる1価の基を表す。)で表されるアミノ基またはアンモニウム基を有する置換基を表し、 m および n はそれぞれ正の整数で $m+n$ は3,000~20,000の整数を表し、 n/m は1/500~1/10,000である。〕で表されるアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンの一種または二種以上を配合することを特徴とする毛髪用組成物。

【請求項2】 請求項1記載のアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンの一種または二種以上を0.1~10重量%と、一般式：

〔化2〕



〔式中、 R^7 は炭素数14~22のアルキル基またはヒドロキシアルキル基を表し、 R^8 、 R^9 および R^{10} は独立して、炭素数1~3のアルキル基もしくはヒドロキシアルキル基またはベンジル基を表し、 X はハロゲン原子または炭素数1~2のアルキル硫酸基を表す。)で示される第4級アンモニウム塩の一種または二種以上を0.1~5.0重量%配合することを特徴とする毛髪用組成物。

【請求項3】 (I) アニオン性界面活性剤、両性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤の1種または2種以上を5~40重量%と、

(II) 請求項1記載のアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンの一種または二種以上を配合し、

(II)/(I)の重量比が1/2000~1/10であることを特徴とする毛髪用組成物。

【請求項4】 アミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンを液状の環状シリコーンに溶解せしめた

*〔化1〕

ものを配合する請求項1~3のいずれかに記載の毛髪用組成物。

10 【請求項5】 アミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンを液状の鎖状シリコーンに溶解せしめたものを配合する請求項1~3のいずれかに記載の毛髪用組成物。

【請求項6】 アミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンを液状のイソパラフィン系炭化水素に溶解せしめたものを配合する請求項1~3のいずれかに記載の毛髪用組成物。

20 【請求項7】 請求項4~6のいずれかに記載のアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーン溶液を乳化剤で乳化してなることを特徴とするエマルジョン型の毛髪用組成物。

【請求項8】 乳化に際して、水溶性多価アルコールに乳化剤を溶解せしめた液にアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーン溶液を添加し、乳化させたことを特徴とする請求項7記載のエマルジョン型の毛髪用組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

30 【産業上の利用分野】 本発明は毛髪に対して優れた光沢となめらかな感触を付与する毛髪用組成物に関する。

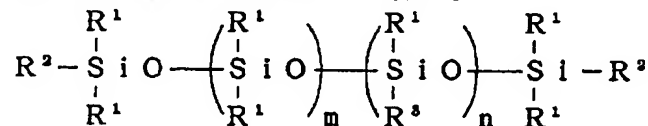
【0002】

【従来の技術およびその課題】 従来、毛髪用組成物には毛髪に光沢や滑らかさを与える目的でシリコーン油、エステル油、炭化水素油などの油分が、可溶化、乳化、溶解して用いられている。特にシリコーン油は、表面張力が低く毛髪のなじみに優れ、良い光沢が得られ、近年多用されているものである。しかし、油分のもつ限界があり、多量に用いたり消費者が長い間用いたりすると、頭髪が脂ぎる欠点があった。また滑らかさを付与する目的でカチオン活性剤も多用されているが、十分に満足できる光沢を与えるものではなく、多量に配合すると安全性上も好ましくないという欠点があった。また、一般に毛髪は、洗髪、ブラッシング、ドライヤーによる熱、ヘアカラー、ブリーチ剤等による美容処理を頻繁に繰り返す行くと著しく損傷劣化し、その結果、乾燥してばさついたり、枝毛、切れ毛、抜け毛等の増加および強度低下を引き起こすことはよく知られたことである。

50 【0003】 そこで上述のような毛髪損傷に対し毛髪の保護修復を目的に、毛髪用組成物には基剤として天然物から抽出した各種原料、例えばタンパク質、多糖、抽出

エクス、天然高分子またはこれらを構成している単体もしくはオリゴ体、例えばアミノ酸、ペプチド等が配合される。また、毛髪に光沢と滑らかさを与えながら毛髪の損傷を防止する目的で、特開昭63-183517号公報、特開昭63-243018号公報に見られるように、高分子量のジメチルポリシロキサンや高分子量のメチルフェニルポリシロキサンを用いる技術が知られている。しかしながら、天然抽出原料では毛髪損傷防止効果が十分でなく、使用後の滑らかさなどの感触の点で満足できるものではなく、高分子量のジメチルポリシロキサンや高分子量のメチルフェニルポリシロキサンでは毛髪損傷防止効果および使用後の毛髪への光沢および滑らかさの付与にはある程度の効果を有するが、ブラッシングやドライヤー処理によるその効果の持続性の点で満足できるものではなかった。

【0004】一方、毛髪に滑らかさや光沢を付与し、櫛通りを良くするという、いわゆるリンス効果をもつ毛髪用組成物は、一般にヘアーリンス、ヘアトリートメント、ヘアーコンディショナー等の名称で市販されている。これらの毛髪用組成物には、通常、第4級アンモニウム塩が配合されており、これが毛髪に吸着することにより、前記のいわゆるリンス効果を与えることが知られる。更に、滑らかさ、光沢、しっとりさ等の使用後感を向上させる目的で、例えば、高級アルコール、グリセリンモノ脂肪酸エステル、高級脂肪酸、流動パラフィン、固形パラフィン、エステル油、重合度3~650のシリコン油等の油分が添加されている。毛髪をべたつかせずに、毛髪に滑らかさを付与する毛髪用組成物を得るために、これらの各成分が種々配合されている。例えば、



〔式中、R¹はメチル基または一部がフェニル基を表し、R²はR³と同一またはメチル基または水酸基を表す。R³は式R⁴Z {R⁴は3から6の炭素原子を有する2価のアルキレン基を表し、Zは-NR⁵、-N⁺R⁵、A⁻、-NR⁵(CH₂)_aNR⁵、-NR⁵(CH₂)_aN⁺R⁵、A⁻および-NR⁵(CH₂)_aN(R⁵)C=O(R⁶) (R⁵は水素または1から4の炭素原子を有するアルキル基を表し、R⁶は1から4の炭素原子を有するアルキル基を表し、AはCl、BrまたはIを表し、aは2から6の整数である。) かなる群から選ばれる1価の基を表す。} で表されるアミノ基またはアンモニウム基を有する置換基を表し、mおよびnはそれぞれ正の

* 術は、いずれも毛髪用組成物として一定の改善がなされており、例えば特開昭63-222109号公報では、その化粧料の耐洗浄性の向上と共に毛髪に対する一定の柔軟性、平滑性、つや付与効果を奏することが窺える。しかしながら、このことがさらに毛髪に対する平滑性、柔軟性およびつや付与効果を高めた毛髪用組成物についての必要性を無くしたことを意味しない。例えば、この毛髪用組成物の塗布時およびすすぎ時においては毛髪をべたつかせずに滑らかさを付与できても、毛髪が乾燥される際やその後においては、必ずしも満足できる特性を示すとは限らない。

【0005】さらに、シャンプー剤等の洗浄剤に関しては、従来、頭髪洗浄剤のコンディショニング成分として第4級窒素含有水溶性ポリマーが広く用いられており、洗髪中の髪のもつれ、引っかかりを抑え、滑らかな感触を与える点で優れたものである。しかし、これらはすすぎ中の滑らかさを向上させることはできるが、タオルドライ後および乾燥時については、髪の滑らかさ、しなやかさ向上効果は認められず、逆にこれらの多量の配合は乾燥時における髪のゴワツキ、ヘアフライ等につながる傾向があり、その改善が望まれている。本発明者らは、このような従来の事情に鑑み、毛髪に優れた光沢を与え、滑らかな感触を付与し、毛髪の損傷を防止し、化学的または機械的な処理から毛髪を保護し、かつその効果が長時間持続する毛髪化粧料を得るべく鋭意研究を行った結果、特定のアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコンを用いたならば上記目的を達成できることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。

【0006】

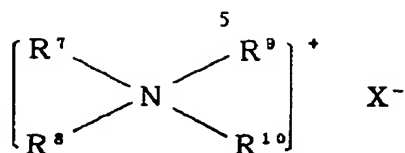
〔課題を解決するための手段〕すなわち、本発明の第1は、一般式1:

〔化3〕

整数でm+nは3, 000~20, 000の整数を表し、n/mは1/500~1/10, 000である。〕で表されるアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコンの一種または二種以上を配合することを特徴とする毛髪用組成物である。

【0007】本発明の第2は、上記の一般式1で表されるアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコンの一種または二種以上を0.1~10重量%と、一般式2:

〔化4〕



(式中、R⁷は炭素数14～22のアルキル基またはヒドロキシルアルキル基を表し、R⁸、R⁹およびR¹⁰は独立して、炭素数1～3のアルキル基もしくはヒドロキシルアルキル基またはベンジル基を表し、Xはハロゲン原子または炭素数1～2のアルキル硫酸基を表す。)で示される第4級アンモニウム塩の一種または二種以上を0.1～5.0重量%配合することを特徴とする毛髪用組成物である。

【0008】本発明の第3は、(I)アニオン性界面活性剤、両性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤の1種または2種以上を5～40重量%と、(II)上記の一般式1で表されるアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンの一種または二種以上を配合し、(II)/(I)の重量比が1/2000～1/10であることを特徴とする毛髪用組成物である。

【0009】以下、本発明の構成について詳述する。本発明の一般式1で表される高分子シリコーンのm+nは3,000～20,000であり、好ましくは、4,000～10,000である。3,000未満だと油状で、毛髪損傷防止効果が不十分であり、20,000を超えるとシリコーン油等の他の原料に溶解しにくくなり、化粧料あるいは洗浄剤に配合することが難しい。すなわち特開昭58-210005号公報によるとm+nが1から2,000のアミノ基およびアンモニウム基を有するシリコーンを毛髪化粧料に配合することは既に知られている。しかしながら、これらのシリコーンは油状のものであり、毛髪損傷防止効果は不十分なものである。また、n/mは1/500～1/10,000であり、好ましくは、1/500～1/2000である。1/500を超えるとシリコーン中のアミノ基またはアンモニウム基の含有率が高くなり、製造時に架橋反応等が起きたり、また原料臭の点からも好ましくない。1/10,000未満では、毛髪に対する相互作用が不十分となり、毛髪損傷防止効果の持続性が悪くなる。

【0010】本発明のアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンは、一般のアミノ変性またはアンモニウム変性シリコーンと同じ製造法で作ることができる。例えばγ-アミノプロピルメチルジエトキシシランと環状ジメチルポリシロキサンとヘキサメチルジシロキサンとをアルカリ触媒下に重縮合反応させることによって作ることができる。本発明で使用するアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンは軟質ゴム状であり、多量に用いたり長い間連用しても頭髪、頭皮のベタツキがなく、優れた光沢を与え、滑らかな感触を付与し、毛髪の損傷を防止することができる極めて優秀な毛

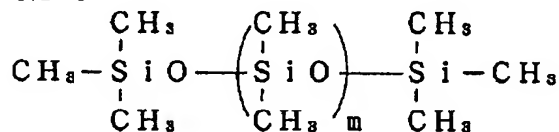
6

髪用組成物とすることができる。

【0011】本発明におけるアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンの配合量は、組成物全量中の0.1～50重量%、好ましくは2～30重量%である。0.1重量%未満では十分な効果が得られず、50重量%を超えると溶解しにくくなる。特に、この組成物をリンス効果剤として用いる時は、毛髪用組成物総重量当たり0.1～10重量%、好ましくは0.2～8重量%である。0.1重量%未満では十分な効果が得られず、逆に10重量%を超えると高分子シリコーンの溶解性が悪くなり好ましくない。

【0012】本発明のシリコーンを組成物中に配合する場合、液状の油に溶解して配合することが好ましい。もちろん、毛髪用組成物中に別々に配合して系中で溶解させてもよい。液状油としては、鎖状シリコーンや環状シリコーンまたはイソパラフィン系炭化水素等を挙げることができる。上記鎖状シリコーンは次の一般式で示すことができる。

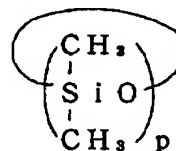
【化5】



(式中、mは0～650の整数を表す。)

このような鎖状シリコーン油としては、例えば、ジメチルポリシロキサン(粘度0.65～5cSt/25℃)等が挙げられる。また、環状シリコーンは次の一般式で示される。

【化6】



(式中、pは3～7の整数を表す。)

【0013】これらの化合物の具体例としては、次の一般名で称されている、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサンおよびテトラデカメチルシクロヘキサシロキサン等が挙げられる。イソパラフィン系炭化水素としては、常圧における沸点が60～260℃の範囲にあるイソパラフィン系炭化水素を挙げることができる。例えば、エクソン社製のアイソパーA(登録商標)、同C、同D、同E、同G、同H、同K、同L、同M、シェル社のシェルゾール71(登録商標)、フィリップ社のソルトール100(登録商標)あるいは同130、同220等を挙げることができる。上記低沸点油は、任意の一種または二種以上を用いることができ、合計の配合量が高分子シリコーンに対して1

～50倍（重量）が好ましく、毛髪用組成物全量中の10～80重量%となるように選ぶことが好ましい。また洗浄剤として用いる時には20重量%以内が好ましい。

【0014】本発明の組成物をリンス効果剤として用いる場合の第4級アンモニウム塩は、上記一般式2の基R'が炭素数14～22のアルキル基、例えばセチル基、ステアシル基、ベヘニル基等である。基R'の炭素数14～22のヒドロキシアルキル基は、例えば12-ヒドロキシステアシル基等である。基R'としては、炭素数16～22のアルキル基が好ましく、特に好ましいものとしてはステアシル基およびベヘニル基が挙げられる。基R⁸、R⁹およびR¹⁰は、独立して炭素数1～3のアルキル基またはヒドロキシアルキル基であり、好ましい基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ヒドロキシメチル基およびヒドロキシエチル基が挙げられる。基R⁸、R⁹およびR¹⁰は同じものであっても、または異なるものであってもよい。基Xのハロゲン原子は、好ましくは塩素原子または臭素原子である。

【0015】前記一般式2で示される第4級アンモニウム塩としては、例えば、塩化セチルトリメチルアンモニウム、塩化ステアシルトリメチルアンモニウム、塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム、塩化ステアシルジメチルヒドロキシエチルアンモニウム、塩化ステアシルジメチルベンジルアンモニウム、およびセチルトリエチルアンモニウムメチルサルフェート等を挙げることができる。その中でも特に、塩化ステアシルトリメチルアンモニウム、および塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム、塩化ステアシルジメチルベンジルアンモニウム並びにこれらの混合物が好ましい。前記式2で示される第4級アンモニウム塩の1種または2種以上からなる成分の配合量は、毛髪用組成物全体の0.1～5.0重量%の範囲、好ましくは0.6～3.0重量%の範囲である。0.1重量%未満の配合量では毛髪用組成物としてのリンス効果が十分に得られない。5.0重量%を超える配合量では、毛髪用組成物の粘度が高くなりすぎるので、好ましくない。

【0016】本発明の組成物を洗浄剤として用いる場合のアニオン性界面活性剤としては、脂肪酸石鹸、 α -アシルスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルアリルおよびアルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、アルキルアミド硫酸塩、アルキルリン酸塩、アルキルアミドリン酸塩、アルキロイルアルキルタウリン塩、N-長鎖アシルアミノ酸塩等が挙げられる。本発明に用いられるノニオン性界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、アルキルアリルポリオキシエチレンエーテル、アルキロールアミド、アルキルグリセリンエーテル型ポリオキシエチレンエーテル、プロピレングリコールエステル、ポリオキシエチレンエーテル、

酸のエステルのポリオキシエチレンエーテル、脂肪酸のソルビタンエステルのポリオキシエチレンエーテル、ソルビトールポリオキシエチレンの脂肪酸エステル、ショ糖エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸アミド、ポリオキシエチレンアルキルアミン等が挙げられる。本発明で用いられる両性界面活性剤としては、ベタイン型（カルボキシベタイン、スルホベタイン）、アミドベタイン型、アミノカルボン酸塩型、イミダゾリン誘導体型等が挙げられる。

【0017】本発明の毛髪用洗浄剤組成物においては、アミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンと、アニオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤および両性界面活性剤との配合比は1/2000～1/10の範囲にある必要があり、特に好ましくは、1/500～1/15である。1/2000より少ないと本発明の効果が発揮されず、1/10を超えると、泡立ち、洗浄力といった洗浄剤としての機能が損なわれることになる。また、アニオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤および両性界面活性剤の配合量は全体量に対して5～40重量%である。

【0018】本発明の毛髪用組成物には上記の必須構成成分の他に、目的に応じて本発明の効果を損なわない量的、質的範囲内で、さらに流動パラフィン、スクワラン、ラノリン誘導体、高級アルコール、各種エステル油、アボガド油、バーム油、牛脂、ホホバ油、シリコーン油、ポリアルキレングリコールポリエーテルおよびそのカルボン酸オリゴエステル化合物、テルペン系炭化水素油などの油分、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、グリセリン、ソルビトール、ポリエチレングリコール等の水溶性多価アルコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩等の保湿剤、紫外線吸収剤、紫外線散乱剤、アクリル系樹脂、シリコーン樹脂、ポリビニルピロリドン等の樹脂類、大豆蛋白、ゼラチン、コラーゲン、絹フィブリン、エラスチン等の蛋白または蛋白分解物、エチルバラベン、ブチルバラベン等の防腐剤、各種アミノ酸、ビオチン、パントテン酸誘導体等の賦活剤、 γ -オリザノール、デキストラン硫酸ナトリウム、ビタミンE誘導体、ニコチン酸誘導体等の血行促進剤、硫黄、チアントール等の抗脂漏剤、エタノール、イソプロパノール、テトラクロロジフルオロエタン等の希釈剤、カルボキシビニルポリマー等の増粘剤、薬剤、香料、色剤等を必要に応じて敵宜配合してもよい。

【0019】特に洗浄剤組成物において使用性向上の目的で配合されるカチオン性高分子物質、例えばカチオン変性セルロースエーテル誘導体（ポリマーJR(U, C, C)等）、ポリビニルピロリドン誘導体四級アンモニウム（ガフコート（GAF）等）、ジアリルジメチルアンモニウムクロリドのポリマー（マーコート（Mer k）等）、ポリアクリル酸誘導体四級アンモニウム（C

artex (National Starch) 等)、ポリアミド誘導体四級アンモニウム (Sandoz 等)、ポリオキシエチレンポリアルキレンポリアミン (ポリコート (HENKEL) 等) を本発明の効果を増大しない量で配合する (ゴワツキ、ヘアフライを起こさない程度) ことにより、洗浄剤すすぎ時の滑らかさを付与する効果は本発明による同効果にプラスされて相加的に向上する。

【0020】本発明の剤型は任意であり、可溶性系、乳化系、粉末分散系、油-水の2層系、油-水-粉末の3層系等いずれでも構わない。乳化系の場合は、アミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンを含む油相を乳化剤、例えばノニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、アニオン界面活性剤またはそれらの混合物で乳化して用いる。またその乳化する際、乳化剤を水溶性多価アルコールに溶解し、高分子シリコーンを含んだ油分を添加し乳化して乳化組成物を作り、その組成物を水で希釈して乳化物を作ることできる。

【0021】その場合に用いられる乳化剤としてはポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンコレステリルエーテル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリル脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル

- | | |
|--|-------|
| (1) 軽質流動イソパラフィン (C_{11-13}) | 70.0% |
| (2) ジメチルポリシロキサン ($5 \text{ cSt} / 25^\circ\text{C}$) | 20.0 |
| (3) アミノ変性高分子シリコーン | 10.0 |

(一般式1で R^1 および R^2 はメチル基、 R^3 は $-(CH_2)_mN(CH_3)_2$ 、 $m=5, 000, n=5$)

(4) 香料

適量

(1) ~ (4) を70~80℃で攪拌溶解、混合する。粘度500 cP sの粘性のある透明性のよい液状オイルを得た。

＊ル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリエーテル変性シリコーン等のノニオン活性剤、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ジステアリルジメチルアンモニウム、塩化セチルトリメチルアンモニウム、塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム、塩化セチルビリジニウム等のカチオン活性剤、セチル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸ナトリウム、ヤシ油脂脂肪酸カリウム、ヤシ油脂脂肪酸メチルタウリンナトリウム等のアニオン活性剤が挙げられる。また、水溶性多価アルコールとしては、エチレングリコール、プロピレングリコール、1, 3-ブチレングリコール、1, 4-ブチレングリコール、ジプロピレングリコール、グリセリン、ジグリセリン、トリグリセリン、テトラグリセリン、グルコース、マルトース、マルチトール、蔗糖、フラクトース、キシリトール、ソルビトール、マルトトリオース、スレイトール、エリスリトール、澱粉、分解糖還元アルコール、ヒアルロン酸などであり、これらの一種または二種以上が用いられる。

【0022】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明する。本発明は、これらによって限定されるものではない。配合量は全て重量%である。

毛髪保護修復剤としての実施例

実施例1 (ヘアオイル)

- | | |
|---|-------|
| (1) 軽質流動イソパラフィン (C_{12-13}) | 22.0% |
| (2) アミノ変性高分子シリコーン | 3.0 |
| (一般式1で R^1 および R^2 はメチル基、 R^3 は $-(CH_2)_mN(CH_3)_2$ 、 $m=10, 000, n=5$) | |

- | | |
|------------------------------------|------|
| (3) プロピレングリコール | 6.0 |
| (4) ポリオキシエチレン (80モル) 硬化ヒマシ油エステル | 2.0 |
| (5) カチオン化セルロースポリマー J R-400 (UCC社製) | 0.2 |
| (6) 水溶性エラスチン | 10.0 |
| (7) イオン交換水 | 46.8 |
| (8) ジメチルエーテル | 4.0 |
| (9) ジクロロジフロロメタン | 6.0 |

(3)、(4)の混合物に(1)、(2)の混合溶解物を添加し乳化する。これに(5)~(7)の溶液を加

※【0023】実施例2 (エアゾールタイプ毛髪損傷予防修復剤)

※

え、混合攪拌して原液を得る。この原液をエアゾール缶に充填し、次いで、(8)、(9)の噴射ガスを充填し

11

12

てエアゾールタイプの毛髪損傷予防修復剤を得た。 * * 【0024】比較例1 (ヘアオイル)

- | | |
|---------------------------------------|-------|
| (1) 軽質流動イソパラフィン (C ₁₁₋₁₃) | 70.0% |
| (2) ジメチルポリシロキサン (5 c S t / 25℃) | 30.0 |
| (3) 香料 | 適量 |

(1) ~ (3) を混合して、液状のヘアオイルを得た。 ※ ※ 【0025】比較例2 (ヘアオイル)

- | | |
|---------------------------------------|-------|
| (1) 軽質流動イソパラフィン (C ₁₁₋₁₃) | 70.0% |
| (2) ジメチルポリシロキサン (5 c S t / 25℃) | 20.0 |
| (3) 高分子量ジメチルポリシロキサン | 10.0 |

(重合度 n = 7, 000)

(4) 香料

適量

(1) ~ (4) を混合して、液状のヘアオイルを得た。

★ 摩擦係数を測定した。その後、それぞれ毛束をシャンプーで2回洗浄し、充分に水洗した後、ドライヤーで乾燥してその毛髪の摩擦係数を測定した。その結果を表1に示す。

【0026】実施例1および2、比較例1および2について、毛髪の滑らかさ、枝毛発生防止効果および枝毛修復効果の測定を行った。

試験例1 毛髪の滑らかさの測定

【0027】

同一人から採取した頭髪で毛束を作り、それぞれの毛束に下記のサンプルを塗布し、摩擦測定機により毛髪の摩★

【表1】

サンプル	塗布直後の 摩擦係数	シャンプー後 の摩擦係数
実施例1	0.2	0.25
実施例2	0.25	0.3
比較例1	0.35	0.5
比較例2	0.3	0.4
未塗布	0.5	0.5

本発明品を用いることにより、摩擦係数が著しく低減し、シャンプー後も毛髪の滑らかさが持続していることがわかる。

【0028】試験例2 枝毛発生防止効果の測定

同一人から採取した頭髪で毛束を作り、それぞれの毛束に下記のサンプルを塗布し、機械的にブラッシングを1万回かけた時の枝毛の発生本数を数えた。各毛束は1300本の頭髪からなっている。その結果を表2に示す。

【0029】

【表2】

サンプル	枝毛発生本数
実施例1	20本
実施例2	100
比較例1	200
比較例2	50
未塗布	300

40

☆ 【0030】試験例3 枝毛修復効果の測定

枝毛の多く発生していたパネル4名に、実施例1のヘアオイルを使用してもらい枝毛の修復効果をみた。その結果、いずれのパネルにおいても、枝毛は目立たなくなっており、本発明品の修復効果が確認された。

【0031】実施例3 (ヘアブロー)

本発明品は枝毛発生防止に顕著な効果がみられた。 ☆

- | | |
|----------------------|------|
| (1) デカメチルシクロペンタシロキサン | 5.0% |
| (2) アンモニウム変性高分子シリコーン | 1.0 |

(一般式1でR¹の10%がフェニル基で残りはメチル基、

13

14

R^1 はメチル基、 R^2 は $-(CH_2)_mN^+(CH_3)_2Cl^-$ 、
 $m=10,000$ 、 $n=2$)

(3) 1,3-ブチレングリコール	2.0
(4) ポリエチレン(60)硬化ヒマシ油エステル	2.0
(5) エチルアルコール 95%	15.0
(6) 精製水	75.0
(7) 香料	適量

(3)に(4)を溶解し、(1)、(2)を添加し乳化 *サ-容器に詰め、霧状で頭髮に噴霧する。
 して、(5)、(6)、(7)と混合する。ディスペン* 【0032】実施例4(ヘアムース)

(1) デカメチルシクロペンタシロキサン	20.0%
(2) アミノ変性高分子シリコーン	5.0

(一般式1で R^1 はメチル基、 R^2 は水酸基、
 R^3 は $-(CH_2)_mN(CH_3)_2$ 、
 $m=3,000$ 、 $n=6$)

(3) ジプロピレングリコール	5.0
(4) ポリオキシエチレン変性ジメチルポリシロキサン (EO 50wt%、粘度100cSt/25℃)	3.0
(5) エタノール	10.0
(6) イオン交換水	51.0
(7) 香料	適量
(8) ブタン	4.0
(9) ジメチルエーテル	2.0

(1)に(2)を溶解し、(3)、(4)の混合液に添 ※けた後に(8)、(9)を充填する。
 加し乳化する。その乳化物を(5)~(7)とを混合し 【0033】実施例5(ヘアクリーム)
 となる溶液に加え、エアゾール溶液に入れて弁を取り付※

(1) アイソゾール400 (日本石油化学社製、低沸点イソパラフィン系炭化水素)	10.0%
(2) アンモニウム変性高分子シリコーン (一般式1で R^1 はメチル基、 R^2 は水酸基、 R^3 は $-(CH_2)_mN^+(CH_3)_2Cl^-$ 、 $m=18,000$ 、 $n=2$)	3.0
(3) ジメチルポリシロキサン(20cSt/25℃)	5.0
(4) トリー2-エチルヘキサン酸グリセリンエステル	8.0
(5) ワセリン	5.0
(6) ステアリルアルコール	2.0
(7) ソルビタンモノオレート	2.0
(8) ポリオキシエチレン(40モル) 硬化ヒマシ油エステル	2.0
(9) グリセリン	5.0
(10) ヒアルロン酸	5.0
(11) 防腐剤	適量
(12) イオン交換水	残余

(1)~(8)を70℃で攪拌溶解し、(9)~(12)★を得る。
 2)を溶解したものの中に加えて乳化し、ヘアクリーム★ 【0034】実施例6(ヘアローション)

(1) シェルゾール71 (シェル社製、低沸点イソパラフィン系炭化水素)	15.0%
(2) アミノ変性高分子シリコーン (一般式1で R^1 および R^2 はメチル基、 R^3 は $-(CH_2)_mN(CH_3)_2$ 、 $m=8,000$ 、 $n=10$)	3.0

15	16
(3) 1, 3-ブチレングリコール	2. 0
(4) ポリオキシエチレン (60モル)	2. 0
硬化ヒマシ油エステル	
(5) 酸化チタンゾル	
(ネオサンペールW-10、触媒化成工業製)	10. 0
(6) エタノール	15. 0
(7) イオン交換水	53. 0
(8) 香料	適量

(1) に (2) を溶解し、(3)、(4) の混合物に加えて溶解し、ヘアローションを得た。
えて乳化し、その乳化物を (5) ~ (8) の溶解物に加えて溶解し、ヘアローションを得た。

(1) 軽質流動イソパラフィン (C ₁₁₋₁₃)	40. 0
(2) アミノ変性高分子シリコーン	0. 5

(一般式1でR¹およびR²はメチル基、R³は
- (CH₂)_mN(CH₃) (CH₂)_nN(CH₃)C=O (C₂H₅)、
m=15, 000、n=4)

(3) エタノール	2. 0
(4) イソプロピルアルコール	10. 0
(5) 香料	適量
(6) プロパン	7. 0
(7) ジメチルエーテル	3. 0

(1) ~ (5) を混合溶解し、これをエアゾール缶に充填して弁を取り付けた後に (6)、(7) の噴射剤を充填してヘアスプレーを得た。

【0036】ヘアリンス効果剤としての実施例 実施例8

表3に示す組成により、常法に従ってヘアリンスを製造した。各製造物について、下記の方法により評価した結果を併せて表3に示す。

(1) 毛髪保護効果

Y/X	
Y/X < 0. 5	・・・A
0. 5 ≤ Y/X < 0. 8	・・・B
0. 8 ≤ Y/X < 1. 0	・・・C
1. 0 ≤ Y/X	・・・D

【0037】(2) 毛髪への吸着量測定

各試料2gを完全脱脂後の毛髪束4gに塗布し、1l温水(40℃)中で振とうすぎ(100cycle)を2回繰り返した後、この毛髪束を乾燥させる。それぞれの毛髪束より吸着物をソックスレー抽出(ジクロルメタン/メタノール=92/8vol%, 5hr抽出)し、その重量より毛髪1g当たりの試料吸着量を算出した。各試料の毛髪への吸着性を以下のように評価した。

1g毛髪当たりの試料吸着量	評価
30mg以上	・・・A 毛髪への吸着性 大
10~30mg	・・・B 毛髪への吸着性 中
10mg以下	・・・C 毛髪への吸着性 小

【0038】(3) 毛髪への艶付与効果

各試料1gを長さ15cm、500~600本の毛髪束に塗布し、40℃温水、300ml中で振とうすぎ(100cycle)を2回繰り返した後、この毛髪束

※各試料1gを長さ15cm、500~600本の毛髪束に塗布し、40℃温水、300ml中で振とうすぎ(100cycle)を2回繰り返した後、この毛髪束を乾燥させる。この毛髪束に一定の力でブラッシングを繰り返し2万回のブラッシングを行った後に発生した枝毛、切れ毛の数をカウントし、毛髪の全数に対する枝毛、切れ毛の発生率を算出する。未処理毛での枝毛、切れ毛の発生率X%に対し、各サンプル処理毛での発生率Y%を比較しY/Xの値により以下のように評価した。

評価

毛髪保護効果	大
毛髪保護効果	中
毛髪保護効果	小
毛髪保護効果	なし

を乾燥させる。この毛髪束から任意に10本の毛髪を選び変角光度計GP-IR[(株)村上色彩研究所製]で入射された光に対する毛髪の反射光分布を測定し、毛髪の光沢度(艶)を次の式により求めた。

$G = s/d$ (G: 光沢度、s: 正反射光量、d: 拡散反射光量)

以上の方法で求められた光沢度Gにより各試料の毛髪へのつや付与効果を以下のように評価した。

G	評価
15以上	・・・A つや付与効果 大
10~15	・・・B つや付与効果 中
5~10	・・・C つや付与効果 小
5以下	・・・D つや付与効果 なし

【0039】(4) 均一コート性

毛髪のつや測定と同じ方法で調整した毛髪サンプルの走査型電子顕微鏡(SEM)写真より均一コート性を評価

17

18

した。各試料で処理された毛髪のSEM写真(400～1000倍)を判定者15名により、未処理毛髪のSEM写真と比較して、均一コート性が「良好」「同程度」*

*の2段階で評価した。その判定結果より以下のように評価した。

判定結果評価

- 15名全員が「良好」と答えたもの・・・ A
 15名中8～14名が「良好」と答えたもの・・・ B
 15名中、7名以下が「良好」と答えたもの・・・ C

【0040】(5)乾燥後の滑らかさ(毛髪に対する効果の官能評価)

試験対象者として、19才から36才の女性15名を選んだ。各試験対象者は、市販ヘアシャンプー(通常アルキル硫酸エステル塩系シャンプー)で洗髪後の毛髪に、各試料12gずつを塗布し、約40℃の水ですすぎ洗いしてから、ドライヤー乾燥後の毛髪の感触を対照用※

※試料(塩化ステアリルトリメチルアンモニウム2.0%、セトステアリルアルコール3.0%、プロピレングリコール5.0%および水90%からなるもの)と比較して、「著しく良好」、「良好」、「同程度」および「劣っている」の4段階で評価した。その判定結果から以下のように評価した。

判定結果評価

- 15名中、12名以上が「著しく良好」または「良好」と答えたもの A
 15名中、8～11名が「著しく良好」または「良好」と答えたもの B
 15名中、4～7名が「著しく良好」または「良好」と答えたもの C
 15名中、3名以下が「著しく良好」または「良好」と答えたもの D

【0041】

20. 【表3】

試料番号	比較用試料			本発明の試料				
	1	2	3	1	2	3	4	5
組成重量%	2.0	1.0	2.0	2.0	1.0	0.8	0.5	2.0
	-	-	-	-	0.5	-	-	-
	3.0	2.0	3.0	3.0	3.5	3.0	1.5	4.0
	-	0.05	-	2.0	1.0	1.0	0.2	5.0
	2.0	-	-	-	-	-	-	-
物性	10.0	10.0	15.0	10.0	10.0	10.0	5.0	20.0
	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量
	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量
	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量
	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余
毛髪保護効果	C	C	D	A	A	A	A	A
	B	B	C	A	A	A	A	A
	C	C	D	A	A	A	B	A
	C	C	C	A	A	A	B	A
	B	C	D	A	A	A	A	A

【0042】表3からわかるように、本発明の毛髪化粧料は、比較例に比べ、毛髪保護効果、乾燥後の滑らかさ、毛髪への吸着性、毛髪へのつや付与効果、均一コート性に優れたものであった。

*

＊【0043】実施例9

下記処方へのヘアーリンスを調製し、前記実施例8と同様の方法によって評価した。

成分	重量%
塩化セチルトリメチルアンモニウム	0.6
セトステアリルアルコール (C16/C18=6/4)	2.0
アミノ変性高分子シリコーン (R ¹ およびR ² はメチル基、 R ³ は-(CH ₂) ₃ N(CH ₃)(CH ₂) ₂ N(CH ₃) ₂ 、 m=5000, n=5)	3.0

21	22
m = 10, 000, n = 5)	
環状シリコン5量体	15.0
グリセロールモノステアレート	1.0
ステアリン酸	0.5
グリセリン	5.0
プロピレングリコール	5.0
黄色-4号(色素)	適量
香料	適量
メチルバラベン	適量
EDTA-3Na(キレート剤)	適量
イオン交換水	残余

このヘアーリンスは安定性に優れ、官能試験評価においても従来にない優れた滑らかさを示し、その上優れた保護効果を毛髪に付与するものであった。

*【0044】実施例10

下記処方のヘアトリートメントクリームを調製し、前記の各例と同様の方法によって評価した。

成分	重量%
塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム	3.0
セトステアリルアルコール(C16/C18=7/3)	6.5
ベヘニルアルコール	2.0
ジメチルポリシロキサン5cs	20.0
アンモニウム変性高分子シリコーン (R ¹ はメチル基、R ² は水酸基、 R ³ は-(CH ₂) ₃ N ⁺ (CH ₃) ₃ Cl ⁻ 、 m = 18, 000, n = 2)	6.0
2-オクチルドデカノール	2.0
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油誘導体 (エチレンオキシド60モル付加物)	0.3
ポリオキシエチレンステアリルエーテル (エチレンオキシド4モル付加物)	1.0
大豆レシチン	0.5
グリセリン	10.0
ジプロピレングリコール	5.0
黄色-4号(色素)	適量
香料	適量
メチルバラベン	適量
EDTA-3Na(キレート剤)	適量
イオン交換水	残余

このヘアトリートメントクリームは、特に傷んだ毛髪に対し、優れた滑らかさを与え、毛髪保護効果の良好なものであった。

【0045】洗浄剤としての実施例

実施例11

表4に示す組成により、常法に従ってシャンプー組成物を製造した。各組成物について、下記の方法により評価した結果を併せて表4に示す。

(1) 洗髪後の髪の滑らかさ

テスターが実際に洗髪して、すすいだ後および自然乾燥後の髪の滑らかさについて官能評価した。

○：滑らか

△：少し滑らか

×：滑らかでない

(2) 洗髪後の髪の櫛通り易さ

テスターが実際に洗髪して、すすいだ後および乾燥後の髪の櫛通り易さを官能評価した。

40 ○：櫛の通りが容易

△：やや通りにくい

×：ひっかかって通りにくい

【0046】(3) 起泡性試験法

CaCO₃ 70ppm人工硬水で、試料濃度1%溶液を400ml作成し、温度40℃の条件下で、攪拌機つき円筒形シリンダーを用いて起泡量を測定した。

○：泡立ち良好 泡量 2,000ml以上

△：泡立ち普通 泡量 1,500ml以上2,000ml未満

50 ×：泡立ち不良 泡量 1,500ml未満

(4) 洗浄性試験法

CaO/MgO=3/1、5° DH人工硬水で、試料濃度1%溶液を作成し、ウールサージを用いた人工皮脂汚染布を洗浄した。温度40℃の条件下でターゴトメーター(JIS K-3371)を用いて洗浄し、洗浄前後の反射率より、洗浄効果を求めた。

$$\text{洗浄効率(\%)} = (R_w - R_s / R_o - R_s) \times 100$$

R_o: 原布(ウールサージ)の反射率

*

* R_s: 汚染布の反射率

R_w: 洗浄後の汚染布の反射率

○: 洗浄性良好 洗浄効率 80%以上

△: 洗浄性普通 洗浄効率 60%以上, 80%未満

×: 洗浄性不良 洗浄効率 60%未満

【0047】

【表4】

試料番号	比較用試料		本発明の試料			
	1	2	1	2	3	4
ドデシル硫酸ナトリウム	20	20	20	20	20	20
アミノ変性高分子シリコーン ^{*1}	0	3.0	0.05	0.1	0.5	1.0
ジメチルポリシロキサン (5cs)	3.0	4.5	0.075	0.15	0.75	1.5
水	残余	残余	残余	残余	残余	残余
洗髪後 滑らかさ	×	○	○	○	○	○
すすいだ後 乾燥後	×	○	○	○	○	○
櫛通り	×	○	○	○	○	○
すすいだ後 乾燥後	×	○	○	○	○	○
起泡性	○	×	○	○	○	○
洗浄性	○	×	○	○	○	○

^{*1}: R¹はメチル基、R²は水酸基、R³は-(CH₂)₃N(CH₃)₂、m=3,000、n=6

【0048】表4から明らかなように、本発明の毛髪用組成物はシャンプー剤とした時に、すすいだ後および乾燥後の滑らかさ、櫛通り性に優れ、しかも起泡性、洗浄性にも優れていることがわかる。

*

※実施例12

下記表5に示すシャンプー組成物を調製し評価した。

【0049】

【表5】

試料番号	比較用試料			本発明の試料		
	1	2	3	1	2	3
界面活性剤						
ラウロイルメチルタウリン-Na (アニオン性界面活性剤)	20	-	-	20	-	-
N-ラウリルジメチルアミノ 酢酸ベタイン	-	15	-	-	15	-
イミダゾリウムベタイン (両性界面活性剤)	-	-	20	-	-	20
アミノ変性高分子シリコーン ^{*2}	0	0	0	1	1	1
環状シリコーン5量体	2	2	2	2	2	2
水	残余	残余	残余	残余	残余	残余
洗髪後 滑らかさ	×	×	×	○	○	○
すすいだ後 乾燥後	×	×	×	○	○	○

25		(14)				26	
櫛通り	すすいだ後	×	×	×	○	○	○
	乾燥後	×	×	×	○	○	○
起泡性		○	○	○	○	○	○
洗浄性		○	○	○	○	○	○

²²: R¹およびR²はメチル基、R³は-(CH₂)_mN(CH₃)_n、m=8,000、n=10

【0050】表5から明らかなように、本発明の毛髪用組成物はシャンプー剤とした時にすすいだ後および乾燥後の滑らかさ、櫛通り性に優れ、しかも起泡性、洗浄性*10 次【0051】実施例13の配合組成よりなるシャンプーを調製した。

アイソゾール400（日本石油化学社製）	4.0
アンモニウム変性高分子シリコーン	0.5
（R ¹ はメチル基、R ² は水酸基、 R ³ は-(CH ₂) _m N ⁺ (CH ₃) _n Cl ⁻ 、m=18,000、n=2）	
ココイルメチルタウリン-Na	8.0
ココイルプロピルアミドベタイン	12.0
ヤシ脂肪酸ジエタノールアミド	4.0
グリセリン	2.0
香料	0.3
水	残余

このシャンプーは、起泡性、洗浄性に優れ、すすいだ後、乾燥後の滑らかさ、櫛通り性にも優れていた。

【0052】

【発明の効果】本発明の毛髪用組成物は、毛髪に豊かな光沢と滑らかさを与え、かつ枝毛、切れ毛等の毛髪の損傷を予防し、発生した枝毛に対しては修復をして目立たなくする効果を有する毛髪用組成物である。また、本発明の組成物をヘアリンス、ヘアトリートメント、ヘアパック等の水によるすすぎ工程の入るヘアリンス効果剤と

して用いた時には、毛髪をべたつかせず、毛髪に優れた滑らかさおよび光沢を付与することができ、ブラッシング等の物理的刺激から毛髪を保護する効果が高い毛髪用組成物とすることができる。さらに、本発明の組成物をシャンプー組成物として用いた時には、洗浄剤をすすいでいる時の滑らかさに加えて、完全ドライ後においても、滑らかにしっとりと髪をおちつかせることのできるものである。